



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU 265 868

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 9198-87.X
(22) Přihlášeno 14 12 87

(40) Zveřejněno 14 03 89
(45) Vydáno 21.5.1990

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 09 D 5/25

(75)
Autor vynálezu

KŘÍŽ JAROSLAV ing. CSc.,
PŘIKRYL PĚTR ing., PRAHA

Způsob přípravy elektroizolačního laku

(54)

(57) Jde o řešení problému přípravy tepelně tvrditelného elektroizolačního laku pro impregnace a povrchové povlaky o trvalé tepelné odolnosti 165 °C a současně zvýšené elasticitě. Způsob přípravy laku spočívá v polykondensaci 1 molu 6-(3-hydroxykarbonylfthalimido)kapronové kyseliny nebo její ekvivalentního surového produktu reakce trimellitanhydridu s kyselinou 6-amino-kapronovou nebo s 6-kaprolaktamem s 0,6 až 0,8 mol alifatické monokarboxylové kyseliny o 16 až 20 uhlíkových atomech a nejméně 1 dvojmocné vazbě v řetězci, 0,16 až 0,18 mol tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu a 1,1 až 1,3 mol alifatických polyhydroxylových sloučenin o 2 až 5 atomech uhlíku a 2 až 4 atomech kyslíku při teplotě 160 až 240 °C, rozpuštění vzniklé pryskyřice ve směsi 280 až 300 g aromatických uhlovodíků o 7 až 9 atomech uhlíku a 100 až 400 g alifatických alkoholů o 3 až 5 atomech uhlíku a snížení roztoku se 150 až 220 g fenolformaldehydového nebo kresolformaldehydového polykondensátu o molekulové hmotnosti 400 až 800 a nejméně 2,5 reaktivních hydroxymethylskupinách na molekulu a případně s až 0,5 % organických sloučenin zinku, titanu nebo cínu. Řešení může být použito ve výrobě elektroizolačních laků, případně jiných laků, určených pro povrchovou ochranu kovů.

Vynález se týká způsobu přípravy elektroizolačního laku a řeší problém přípravy vypalovacího laku pro impregnace a povrchové lakování o zvýšené tepelné odolnosti a současně zvýšené elasticitě.

Je známo, že elektroizolační laky pro impregnace a povrchové lakování lze připravit na bázi polykondenzátu aromatické diimidodikyseliny, aromatické dikyseliny, alifatické mastné kyseliny, tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu a alifatických polyolů v různých poměrech těchto složek a v kombinaci s hydroxyarylformaldehydovými nebo melaminformaldehydovými polykondenzáty nebo maskovanými polyisokyanáty. Všechny tyto produkty vykazují trvalou tepelnou odolnost nad 165°C zpravidla na úkor své elasticity, která pro některé typy impregnací a zvláště pro některé povrchové elektroizolační povlaky může být klíčovou vlastností. Produkty, obsahující větší podíl alifatických kyselin, zpravidla vykazují o něco nižší tepelnou odolnost a/nebo nižší stabilitu laku díky omezené snášenlivosti těchto podílů s fenolformaldehydovými kondenzáty.

Podstata způsobu přípravy elektroizolačního laku na bázi polykondenzátu tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu, alifatických polyolů a alifatických kyselin, který odstraňuje tyto nedostatky, je, že 1 mol 6-(3-hydroxykarbonylfthalimido)kapronové kyseliny nebo jí ekvivalentního produktu, připraveného reakcí trimellitanhydridu s kyselinou 6-aminokapronovou nebo s 6-kaprolaktamem separátně nebo in situ v reakční směsi, nebo její směsi s nejvýše ekvimolárním množstvím kyseliny isoftalové se zahřívá na teplotu 160 až 240°C s 0,6 až 0,8 mol alifatické monokarboxylové kyseliny o 16 až 20 uhlíkových atomech a nejméně 1 dvojně vazbě v řetězci, 0,16 až 0,18 mol tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu a 1,1 až 1,3 mol alifatických polyhydroxylových sloučenin o 2 až 5 atomech uhlíku a 2 až 4 atomech kyslíku do vzniku polykondenzátu o nejvýše 0,360 mekv/g nezreagovaných COOH skupin, vzniklá pryskyřice se rozpustí ve směsi 280 až 300 g aromatických uhlovodíků o 7 až 9 atomech uhlíku a 100 až 400 g

alifatických alkoholů o 3 až 5 atomech uhlíku a roztok se smísí se 150 až 220 g fenolformaldehydového nebo kresolformaldehydového polykondenzátu o molekulové hmotnosti 400 až 800 a nejméně 2,5 reaktivních hydroxymethylskupinách na molekulu, nebo jeho roztoku v butanolu, případně s až 0,5% organických sloučenin zinku, titanu nebo cínu.

Lak, připravený podle vynálezu, se hodí především pro impregnace vinutí lakovaných, sklem opředěných nebo polymerní fólií ovínutých vodičů stejně jako pro povrchové lakování železných, hliníkových nebo měděných plechů a součástí v elektrických strojích všeho druhu, pracujících v tepelné třídě F, tedy s trvalým tepelným zatížením až 165°C. Je schopen vytvrzení v silných impregnačních vrstvách za 10 až 16 hodin při 125°C nebo rychlého vytvrzení v tenkých povrchových vrstvách, např. za 15 minut při 200°C.

Lak ve vytvrzeném stavu se vyznačuje vynikající elasticitou a tažností, což jej předurčuje zejména k použití ve strojích, zatížených silnými vibracemi, nebo pro lakování plechů, které jsou následně mechanicky tvářeny.

Lak se dále vyznačuje vynikající odolností proti tepelným šokům až do 270°C, kterým je schopen odolávat bez vážného poškození izolace až do 50 minut. Ve všech ostatních vlastnostech, jakými jsou adheze na kovový povrch, filmotvornost, izolační odpor, pevnost vůči elektrickému průrazu, dielektrické ztráty, navlhavost a odolnost vůči rozpouštědlům a minerálním olejům, se plně vyrovná všem dosud známým rozpouštědlovým impregnačním a povrchovým lakům tepelné třídy F.

Příklad 1. 26,3 g kaprolaktamu a 44,6 g trimellitanhydridu se společně vyhřeje na 180°C a udržuje při této teplotě 1 hodinu. Pak se přidá 20,4 g glycerinu, 3,1 g ethylenglykolu, 10,5 g tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu a 40,0 g mastných kyselin slunečnicového oleje. Směs se vyhřívá od 180 do 230°C rychlostí 0,5°C/min a udržuje při 230°C po dobu 90 minut. Vzniklý polykondenzát, obsahující 0,232 mekv. COOH/g, se ochladí na 140°C a rozpustí v 68 g xylenu a 34 g butanolu. K vzniklému roztoku se přidá 99,8 g 47%ního butanolového roztoku fenolformaldehydového polykondenzátu o molekulové hmotnosti 440 a 7,95 mekv./g hydroxymethylových skupin. Získá se 336,7 g laku o výtokové době 76 s (20°C, tryska 4mm), který při 125°C geluje za 3,7 hodin a po 16 hodinách poskytne dokonale protvrzený pružný gel

o penetrační pevnosti spodní vrstvy 7^oR. Na železném plechu poskytuje tento lak po vytvrzení za 15 minut při 200^oC dokonalý lesklý film o tažnosti *podle* Erichsena 10,2 mm a tvrdosti F až H. Při vytvrzení na Al nebo Cu plechu při 150^oC za 10 hodin poskytuje hladký, lesklý film o pevnosti proti elektrickému průrazu 150,7 kV/mm, která po 24 hodinách uložení ve vodě klesne na 135,2 kV/mm. Tento lak vyhovuje všem zkouškám tepelné odolnosti pro tepelnou třídu F, zejména jeho hmotnostní úbytky při tepelném zatížení 180^oC činí 28,2% za 20000 hodin.

Příklad 2. - 30,5 g 6-aminokapronové kyseliny a 44,6 g trimellitanhydridu se společně vyhřeje na 160^oC a po 30 minutách na 180^oC. Při této teplotě je směs udržována 30 minut, pak se přidá 4,2 g diethylenglykolu, 5,4 g pentaerythritolu, 17,7 g glycerinu, 10,5 g tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu a 40,0 g mastných kyselin sojového oleje. Směs se zahřívá od 180 do 230^oC rychlostí 0,5^oC/min a udržuje se při 230^oC po dobu 90 minut. Vzniklý polykondenzát, obsahující 0,213 mekv.CO₂H/g, se ochladí na 140^oC a rozpustí v 70 g xylenu a 32 g isobutanolu. K vzniklému roztoku se přidá 100,2 g 46%ního roztoku fenolformaldehydového polykondenzátu o molekulové hmotnosti 520 a 5,77 mekv./g hydroxymethylových skupin. Získá se 340 g laku o výtokové době 85 s (20^oC, tryska 4 mm), který při 125^oC geluje za 3,9 hodin a po 16 hodinách poskytne dokonale protvrzený pružný gel o penetrační pevnosti spodní vrstvy 8^oR. Na hlubokotažném železném plechu poskytuje tento lak po vytvrzení za 15 minut/200^oC dokonalý lesklý film o tažnosti *podle* Erichsena 10,8 mm a tvrdosti H. Při vytvrzení na Al nebo Cu plechu při 150^oC za 10 hodin poskytuje hladký, lesklý film o pevnosti proti elektrickému průrazu 148,6 kV/mm, která po 24 hodinách uložení ve vodě klesne na 135,2 kV/mm. Tento lak vyhovuje všem zkouškám tepelné odolnosti pro tepelnou třídu F, tj. zejména jeho hmotnostní úbytky při tepelném zatížení 180^oC činí 27,3 % za 20000 hodin.

Příklad 3. - 40,0 g mastných kyselin slunečnicového oleje, 26,8 g trimellitanhydridu, 15,8 g kaprolaktamu a 15,4 g kyseliny isoftalové se společně vyhřeje na teplotu 180^oC a udržuje při této teplotě po dobu 50 minut. Ke směsi se přidá 10,5 g tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu, 3,1 g ethylenglykolu a 20,4 g glycerinu a směs po novém vyhřátí na 180^oC se vyhřívá rychlostí 0,5^oC/min do 230^oC, načež se při této teplotě udržuje 70 minut do dosažení 0,262 mekv. COOH/g nezreagovaných karboxylových skupin. Vzniklý produkt se po

ochlazení na 140°C rozpustí v 60,5 g xylenu a 30,3 butanolu a k roztoku se při 80°C přidá 56,2 g 50%ního roztoku kresolformaldehydového polykondenzátu o 3,90 mekv/g hydroxymethylových a 4,00 mekv/g butoxymethylových skupin a 5,2 g 8%ního roztoku naftenátu zinečnatého v xylenu. Získá se 273,2 g laku o výtokové době 78 s (20°C, tryska 4mm), který při 125°C geluje za 4,2 hodin a po 12 h při této teplotě poskytne dokonale protvrzený pružný gel o penetrační pevnosti spodní vrstvy 7°R. Na železném plechu po vytvrzení za 15 minut při 200°C poskytne dokonalý lesklý film o tažnosti podle Erichsena 10,2 mm a tvrdosti H. Při vytvrzení na Al nebo Cu plechu při 150°C za 10 hodin poskytuje hladký lesklý film o pevnosti proti elektrickému průrazu 149,2 kV/mm, který po 24 hodinách uložení ve vodě klesne na 137,8 kV/mm. Tento lak vyhovuje všem zkouškám tepelné odolnosti pro tepelnou třídu F, zejména jeho hmotnostní úbytky při zatížení teplotou 180°C nepřekročí 27,8% za 20000 hodin.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy elektroizolačního laku na bázi polykondenzátu tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu, alifatických polyolů a alifatických kyselin, vyznačený tím, že se 1 mol 6-(3-hydroxykarbonylftalimido)kapronové kyseliny nebo jí ekvivalentního surového produktu, připraveného reakcí trimellitanyhridu s kyselinou 6-aminokapronovou nebo s 6-kaprolaktamem separátně nebo in situ v reakční směsi, nebo její směsi s nejvýše ekvimolárním množstvím kyseliny isoftalové zahřívá na teplotu 160 až 240°C s 0,6 až 0,8 mol alifatické monokarboxylové kyseliny o 16 až 20 uhlíkových atomech a nejméně 1 dvojně vazbě v řetězci, 0,16 až 0,18 mol tris-(2-hydroxyethyl)isokyanurátu a 1,1 až 1,3 mol alifatických polyhydroxylových sloučenin o 2 až 5 atomech uhlíku a 2 až 4 atomech kyslíku do vzniku polykondenzátu o nejvýše 0,36 mekv./g nezreagovaných COOH skupin, vzniklá pryskyřice se rozpustí ve směsi 280 až 300 g aromatických uhlovodíků o 7 až 9 atomech uhlíku a 100 až 400 g alifatických alkoholů o 3 až 5 atomech uhlíku a roztok se smísí se 150 až 220 g fenolformaldehydového nebo kresolformaldehydového polykondenzátu o molekulové hmotnosti 400 až 800 a nejméně 2,5 reaktivních hydroxymethylskupinách na molekulu, nebo jeho roztoku v butanolu a případně s až 0,5 % hmotnostními na veškeré množství laku organických sloučenin zinku, titanu nebo cínu.